



## DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

<p>(52) Classification internationale des brevets <sup>6</sup> : A23L 1/48, 1/03, A23C 9/13, 11/10, 13/14</p>	<p>A1</p>	<p>(11) Numéro de publication internationale: <b>WO 99/44442</b> (43) Date de publication internationale: 10 septembre 1999 (10.09.99)</p>
<p>(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR99/00496 (22) Date de dépôt international: 4 mars 1999 (04.03.99) (30) Données relatives à la priorité: 98/02707 5 mars 1998 (05.03.98) FR (71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): COMPAGNIE GERVAIS DANONE [FR/FR]; 126, rue Jules Guesdes, F-92302 Levallois Perret Cedex (FR). (72) Inventeurs; et (75) Inventeurs/Déposants (US seulement): DOAT, Stéphane [FR/FR]; 28, chemin de la Justice, F-92290 Chatenay Malabry (FR). WEILL, Ricardo [FR/FR]; Emilio Mitre 279, 1706 Haedo, Pcia de Buenos-Aires (AR). (74) Mandataires: GROSSET-FOURNIER, Chantal etc.; Grosset-Fournier &amp; Demachy, 20, rue de Maubeuge, F-75009 Paris (FR).</p>		<p>(81) Etats désignés: AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZW, brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, UG, ZW), brevet eurasién (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).</p> <p>Publiée Avec rapport de recherche internationale. Avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues.</p>
<p>(54) Titre: STABLE HOMOGENEOUS EMULSIFIER-FREE SUSPENSION, PREPARATION METHOD AND USES IN FOOD COMPOSITIONS</p>		
<p>(54) Titre: SUSPENSION HOMOGÈNE STABLE DÉPOURVUE D'ÉMULSIFIANT, SON PROCÉDE DE PRÉPARATION ET SON UTILISATION DANS DES COMPOSITIONS ALIMENTAIRES</p>		
<p>(57) Abstract</p> <p>The invention concerns a stable homogeneous emulsifier-free suspension of at least one hydrophobic substance and/or a substance whereof the melting point is higher than about 130 °C, and a thickening agent, in an aqueous medium. Said suspensions can be used in food compositions, in particular based on milk and milk derivatives.</p> <p>(57) Abrégé</p> <p>L'invention a pour objet une suspension homogène stable dépourvue d'émulsifiant, d'au moins une substance hydrophobe et/ou dont le point de fusion est supérieur à environ 130 °C, et d'un épaississant, dans un milieu aqueux. Les suspensions de l'invention peuvent être utilisées dans des compositions alimentaires, notamment à base de lait ou de dérivés lactés.</p>		

# **UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION**

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AL	Albanie	ES	Espagne	LS	Lesotho	SI	Slovénie
AM	Arménie	FI	Finlande	LT	Lituanie	SK	Slovaquie
AT	Autriche	FR	France	LU	Luxembourg	SN	Sénégal
AU	Australie	GA	Gabon	LV	Lettonie	SZ	Swaziland
AZ	Azerbaïdjan	GB	Royaume-Uni	MC	Monaco	TD	Tchad
BA	Bosnie-Herzégovine	GE	Géorgie	MD	République de Moldova	TG	Togo
BB	Barbade	GH	Ghana	MG	Madagascar	TJ	Tadjikistan
BE	Belgique	GN	Guinée	MK	Ex-République yougoslave de Macédoine	TM	Turkménistan
BF	Burkina Faso	GR	Grèce			TR	Turquie
BG	Bulgarie	HU	Hongrie	ML	Mali	TT	Trinité-et-Tobago
BJ	Bénin	IE	Irlande	MN	Mongolie	UA	Ukraine
BR	Brésil	IL	Israël	MR	Mauritanie	UG	Ouganda
BY	Bélarus	IS	Islande	MW	Malawi	US	Etats-Unis d'Amérique
CA	Canada	IT	Italie	MX	Mexique	UZ	Ouzbékistan
CF	République centrafricaine	JP	Japon	NE	Niger	VN	Viet Nam
CG	Congo	KE	Kenya	NL	Pays-Bas	YU	Yougoslavie
CH	Suisse	KG	Kirghizistan	NO	Norvège	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	République populaire démocratique de Corée	NZ	Nouvelle-Zélande		
CM	Cameroun	KR	République de Corée	PL	Pologne		
CN	Chine	KZ	Kazakstan	PT	Portugal		
CU	Cuba	LC	Sainte-Lucie	RO	Roumanie		
CZ	République tchèque	LI	Liechtenstein	RU	Fédération de Russie		
DE	Allemagne	LK	Sri Lanka	SD	Soudan		
DK	Danemark	LR	Libéria	SE	Suède		
EE	Estonie			SG	Singapour		

## SUSPENSION HOMOGENE STABLE DEPOURVUE D'EMULSIFIANT, SON PROCEDE DE PREPARATION ET SON UTILISATION DANS DES COMPOSITIONS ALIMENTAIRES

5

---

La présente invention concerne l'incorporation de produits à point de fusion élevé et/ou hydrophobes, et notamment dotés d'une activité biologique d'intérêt, dans des compositions présentant une teneur élevée en eau.

Plus particulièrement, l'invention se rapporte à une suspension homogène, stable, de produits à point de fusion élevé et/ou hydrophobes, notamment de phytostérols, et à ses applications à la préparation de compositions alimentaires, tels que des produits laitiers.

En effet, pour améliorer les propriétés diététiques de produits à usage alimentaire, on est amené à incorporer de petites quantités d'ingrédients ayant une activité favorable sur le métabolisme ; toutefois, les caractéristiques organoleptiques et microbiologiques des produits doivent être préservées.

Parmi les substances à activité biologique, les phytostérols et leurs dérivés présentent un intérêt particulier en raison de leurs propriétés physiologiques et pharmacologiques ; en effet, il a été montré que certains de ces composés ont une activité hypocholestérolémiant lorsque'ils sont absorbés de façon régulière. Il a donc été préconisé de préparer des stérols en quantité appropriée pour les utiliser à des fins diététiques, en vue de diminuer le taux de cholestérol sanguin. Ces stérols sont obtenus notamment à partir des fractions insaponifiables issues de la saponification des huiles et graisses animales et végétales.

Les deux grandes approches envisagées à ce jour pour l'incorporation de phytostérols et leurs dérivés dans des compositions alimentaires ou pharmaceutiques font appel respectivement à la solubilisation de phytostérols et de leurs dérivés dans les phases lipidiques d'un milieu à teneur élevée en matière grasse, le taux de matière grasse étant toutefois supérieur à 20 %, et/ou à l'utilisation d'agents émulsifiants.

Plusieurs publications ont ainsi décrit l'incorporation de ces composés dans des compositions ayant une teneur élevée en matière grasse.

La demande internationale WO92/19640 décrit des produits alimentaires contenant des  $\beta$ -sitostanol esters et de la matière grasse à un taux supérieur à 50%.

La demande de brevet japonais n° 2.299.548 décrit un biscuit contenant des phytostérols et son procédé de fabrication, soit par utilisation d'une huile enrichie en  $\beta$ -sitostérol en mélange avec de la farine avant le mélange des autres ingrédients, soit par mélange préalable des phytostérols avec du blanc d'œuf avant l'introduction des autres ingrédients.

Toutefois, il serait préférable de pouvoir les incorporer dans des aliments ayant une teneur réduite en matière grasse et présentant des qualités diététiques reconnues, tels que les produits laitiers, fermentés ou non. Une telle incorporation pose alors des difficultés inhérentes aux caractéristiques physico-chimiques des phytostérols et aux contraintes propres à ce type de produits alimentaires, généralement classés dans les produits frais.

Le brevet US 3.085.939 décrit des compositions pharmaceutiques contenant du sitostérol qui sont stabilisées par la présence d'émulsifiants et d'un matériau colloïde évitant le contact entre le sitostérol et l'huile.

Le brevet US 4.195.084 décrit des suspensions pharmaceutiques contenant des sitostérols dont le goût et la stabilité sont rendus acceptables par la présence combinée d'agent chélatant, de carboxyméthyl-cellulose, de sorbitol, d'émulsifiant et de siméthicone.

Le recours à de tels adjuvants n'est pas admissible dans des produits à usage alimentaire, consommés en quantité importante par des sujets sains.

Cependant, comme il a été dit plus haut, l'incorporation de substances à point de fusion élevé et/ou hydrophobes, dans un produit laitier fini à forte teneur en eau et faible teneur en matière grasse, tout en préservant leurs propriétés, sans avoir recours à ces adjuvants pose des problèmes techniques qui n'avaient pas été résolus jusqu'à ce jour.

En effet, il n'est pas possible, à ce jour, d'incorporer des substances hydrophobes à point de fusion élevé au début du procédé de fabrication d'un produit

laitier à forte teneur en eau et à faible teneur en matière grasse. D'une part, leur hydrophobicité les empêche de se dissoudre dans le mélange initial, essentiellement aqueux et, d'autre part, leur point de fusion est supérieur à la température généralement rencontrée dans les procédés de préparation des produits laitiers et ne permet pas de les faire fondre. On est alors confronté à un problème de répartition hétérogène dans le produit laitier en question.

Par ailleurs, ces substances hydrophobes à point de fusion élevé se présentent généralement sous forme d'une poudre dont la granulométrie est importante. Leur incorporation, à la fin du procédé de préparation du produit laitier à forte teneur en eau et à faible teneur en matière grasse, n'est donc pas envisageable, car elle entraînerait une impression sableuse en bouche due à la taille des particules de poudre. De plus, on risquerait d'être confronté à des problèmes de contamination microbiologique.

De manière inattendue, on a maintenant trouvé que de telles compositions, présentant des caractéristiques organoleptiques et microbiologiques satisfaisantes, peuvent être obtenues en l'absence des adjuvants requis dans la technique antérieure, et notamment d'émulsifiants.

L'un des aspects de l'invention est de proposer de nouvelles compositions alimentaires dépourvues d'émulsifiants, contenant une forte teneur en eau, un faible taux de matière grasse et des substances hydrophobes et/ou de point de fusion supérieur à environ 130°C. Avantagusement, la teneur en matière grasse est inférieure à environ 20 %.

Un autre aspect de l'invention est de proposer des suspensions homogènes stables, dépourvues d'émulsifiant, contenant des substances hydrophobes et/ou de point de fusion supérieur à environ 130°C, dans un milieu aqueux et qui peuvent servir d'intermédiaire dans la préparation des compositions alimentaires de l'invention.

C'est pourquoi, la présente invention a pour objet une suspension homogène stable dépourvue d'émulsifiant, d'au moins une substance hydrophobe et/ou dont le point de fusion est supérieur à environ 130°C, et d'un épaississant, dans un milieu aqueux.

On s'est aperçu que l'épaississant confère à la solution aqueuse une viscosité permettant de maintenir les particules d'une substance hydrophobe et/ou dont le point de fusion est supérieur à environ 130°C en suspension selon une répartition homogène.

Parmi les substances hydrophobes et/ou dont le point de fusion est supérieur à 130°C, on peut citer les phytostérols, les phytostanols et leurs dérivés estérifiés correspondant, et les composés choisis parmi : 5,7,22-cholestatrienol, 7-dehydrocholesterol, 22-dehydrocholesterol, 24-dehydrocholesterol, zymosterol,  $\Delta^7$ -cholesterol, 7-coprostenol, cholestanol, coprostanol, epicoprostanol, cerebrosterol, 22- $\alpha$ -oxycholesterol, 22-dihydroergosterol, 7,24(28)-ergostadienol, campesterol, neospongosterol, 7-ergosterol, cerebisterol, corbisterol, stigmasterol, focosterol,  $\alpha$ -spinasterol, sargasterol, 7-dehydrocryonasterol, poriferasterol, chondrillasterol,  $\beta$ -sitosterol, cryonasterol ( $\gamma$ -sitosterol), 7-stigmasternol, 22-stigmasternol, dihydro- $\gamma$ -sitosterol,  $\beta$ -sitostanol, 14-dehydroergosterol, 24(28)-dehydroergosterol, ergosterol, brassicasterol, 24-methylencholesterol, ascosterol, episterol, fecosterol, 5-dihydroergosterol, et leurs mélanges et plus particulièrement  $\beta$ -sitostanol,  $\beta$ -sitosterol,  $\beta$ -sitostanol ester, campesterol et brassicaterol.

La taille des particules des stérols utilisés est d'environ 60  $\mu$ m à environ 1 mm, et généralement 85% des particules ont une granulométrie comprise entre 90 et 185  $\mu$ m.

Dans le cadre de l'invention, le  $\beta$ -sitostérol ou le  $\beta$ -sitostanol sont avantageusement utilisés.

Par épaississant, on définit une famille d'ingrédients alimentaires utilisés généralement comme additifs technologiques afin d'accroître la viscosité du milieu. Ces ingrédients sont généralement des polymères hydrophiles qui, lorsqu'ils sont introduits dans un milieu aqueux, sont capables d'absorber de l'eau et donc d'augmenter de volume, développant ainsi de la viscosité.

Dans les suspensions homogènes stables de l'invention, la substance hydrophobe de/ou dont le point de fusion est supérieur à environ 130°C, ne peut pas jouer le rôle d'émulsifiant car elle est en suspension en phase aqueuse.

Selon un mode de réalisation avantageux du procédé de l'invention, l'agent épaississant est en concentration telle que la viscosité de la suspension est d'environ 0.05 Pas à environ 0.15 Pas, notamment d'environ 0.05 Pas à environ 0.1 Pas.

5 La viscosité peut être mesurée par des méthodes connues de l'homme de métier et notamment par un rhéomat 108 (Marque Gontraves) à un cisaillement de  $1290 \text{ s}^{-1}$ .

S'agissant de la viscosité, si elle est inférieure à 0.05 Pas, la solution ne présente pas suffisamment de viscosité pour maintenir les particules de la substance hydrophobe et/ou dont le point de fusion est supérieur à  $130^{\circ}\text{C}$ , notamment les  
10 phytostérols, en suspension.

Si la viscosité est supérieure à 0.15 Pas, la solution devient visqueuse et on ne peut pas garantir un écoulement.

Comme épaississant, on peut choisir la gomme xanthane, les carraghénanes, les pectines, l'amidon, notamment gélatinisé, la gomme gélane, ou la cellulose et ses  
15 dérivés.

Selon un mode de réalisation avantageux, l'invention concerne une suspension aqueuse telle que définie ci-dessus, contenant d'environ 0,01 % (p/v) à environ 10 % (p/v) d'épaississant et d'environ 0,1 % (p/v) à environ 30 % (p/v) de substance hydrophobe et/ou dont le point de fusion est supérieur à environ  $130^{\circ}\text{C}$ .

20 Selon un autre mode de réalisation, la suspension aqueuse de l'invention contient d'environ 0,5 à environ 20 % (p/v) de substance hydrophobe et/ou dont le point de fusion est supérieur à environ  $130^{\circ}\text{C}$ .

Selon un autre mode de réalisation avantageux, la suspension aqueuse de l'invention contient des lipides en quantité inférieure à environ 5%.

25 Il peut être intéressant d'ajouter des lipides lorsque la substance hydrophobe et/ou dont le point de fusion est supérieur à  $130^{\circ}\text{C}$  est présente en quantité supérieure à environ 2%, ce qui aide à homogénéiser la suspension et à la rendre plus pompable.

L'invention concerne également un procédé de préparation d'une suspension homogène stable telle que définie ci-dessus, dans lequel :

30 - on prépare une solution présentant une viscosité d'environ 0,05 Pas à environ 0,15 Pas, en mélangeant une solution aqueuse avec un épaississant,

- on additionne à la solution visqueuse obtenue à l'étape précédente une substance hydrophobe et/ou dont le point de fusion est supérieur à environ 130°C, à une concentration telle que la concentration dans la solution visqueuse soit d'environ 0,1 % à environ 30 % p/v

pour obtenir une suspension homogène stable.

A titre d'illustration du procédé de préparation de la solution homogène stable définie ci-dessus, on ajoute dans de l'eau chaude (50-60°C) un épaississant pour obtenir une solution présentant une viscosité comprise entre 0.05 Pas (limite basse pour le maintien en suspension) et 0.15 Pas (limite haute pour garantir un écoulement). La viscosité est mesurée sur un rhéomat 108 à un cisaillement de 1290 s<sup>-1</sup>. On ajoute ensuite progressivement et sous agitation manuelle ou à l'aide d'un mélangeur 50-100 RPM en prenant soin de ne pas incorporer d'air, la poudre de phytostérol. Le réseau créé par les molécules d'épaississant et la viscosité de la solution aqueuse permettent de maintenir les particules de phytostérol en suspension selon une répartition homogène.

Les suspensions homogènes stables de l'invention sont avantageusement utilisées dans des compositions alimentaires nouvelles.

Par conséquent, l'invention concerne également une composition alimentaire substantiellement dépourvue d'émulsifiant, dans laquelle la teneur en eau est d'au moins environ 60 %, comprenant une suspension homogène stable telle que définie ci-dessus, à raison d'environ 0,5 % à environ 30 % notamment à raison d'environ 1 % à environ 25 %, et une composition fluide contenant au moins 60 % d'eau et ne contenant pas plus d'environ 18 % de matières grasses, à raison d'environ 75 % à environ 99,5 %.

A titre d'exemple, dans une composition alimentaire contenant environ 99,5 % de composition fluide dont la teneur en matières grasses est d'environ 18 %, le taux de matières grasses dans la composition alimentaire est d'environ 17,9 %, ce qui correspond bien à une teneur en matières grasses inférieure à environ 20 %. Toutefois, on fera varier le taux de matière grasse de la composition fluide en fonction de la quantité de suspension aqueuse. Par exemple, on mélangera environ 25 % de suspension aqueuse avec environ 75 % de composition fluide contenant



moins de 27 % de matière pour obtenir une composition alimentaire dont la teneur en matière grasse finale est inférieure à environ 20 %.

Les pourcentages sont des pourcentages en poids.

5 Dans une composition alimentaire avantageuse selon l'invention, la suspension homogène stable définie ci-dessus est présente à raison d'environ 0,5 à environ 20 %.

Dans ce qui suit, la composition fluide est également désignée par "mix".

Selon un mode de réalisation avantageux de l'invention, dans les compositions alimentaires de l'invention, la teneur en substance hydrophobe et/ou dont le point de fusion est supérieur à environ 130°C est d'environ 0,001 à environ 7,5%, notamment  
10 d'environ 0,4% à environ 2%.

Dans une composition alimentaire avantageuse selon l'invention, la teneur en substance hydrophobe et/ou dont le point de fusion est supérieur à environ 130°C, est d'environ 0,05 à environ 4 %.

Selon un mode de réalisation avantageux, les compositions alimentaires de l'invention contiennent des protéines en quantité inférieure à environ 10%, notamment  
15 à environ 4%.

Selon un autre mode de réalisation avantageux de l'invention, les compositions alimentaires de l'invention contiennent des hydrates de carbone à raison d'environ 4 à environ 20%.

20 Selon un autre mode de réalisation avantageux de l'invention, les compositions alimentaires de l'invention sont dépourvues des éléments suivants : agents chélatants, agents susceptibles d'inhiber la fermentation et agents conservateurs.

Pour fixer les idées, les compositions de l'invention sont avantageusement dépourvues d'agent chélatant, de carboxyméthylcellulose de sodium, d'agent tensio-actif et de siméthicone.  
25

Selon un autre mode de réalisation avantageux de l'invention, les compositions alimentaires de l'invention sont telles que la composition fluide est constituée essentiellement de lait ou ses dérivés tels que le lactosérum, d'origine animale ou végétale.

30 A titre d'exemple, on peut citer le lait de soja, le lait d'amande ou une préparation liquide végétale obtenue à partir de céréales (avoine, riz, orgeat).

Les compositions alimentaires peuvent avantageusement contenir des bactéries lactiques.

L'invention concerne également toute composition alimentaire dépourvue d'émulsifiant, contenant moins d'environ 20 %, et de préférence moins d'environ 18 % de matière grasse, et d'environ 0,001 à environ 7,5 %, de préférence d'environ 0,05 à environ 4 %, et plus particulièrement d'environ 0,005 à environ 2,5 % de substance dont le point de fusion est supérieur à environ 130°C et/ou hydrophobe, notamment choisi parmi les phytostérols, les phytostanols et leurs dérivés estérifiés respectifs.

Une telle composition alimentaire présente les caractéristiques de celle décrite ci-dessus et qui fait appel à la suspension homogène stable, mais elle peut également être obtenue par d'autres procédés ne faisant pas intervenir cette suspension homogène stable.

L'invention concerne également un procédé de préparation d'une composition alimentaire comprenant les étapes suivantes :

- on prépare une suspension homogène stable par mélange d'une solution aqueuse, d'une substance hydrophobe et/ou présentant un point de fusion supérieur à environ 130°C, et d'un épaississant,

- on mélange la suspension homogène stable avec une composition fluide dont la teneur en eau est d'au moins 60% et ne contenant pas plus d'environ 18% de matières grasses, à une température d'environ 60°C à environ 80°C,

- on soumet le mélange obtenu à l'étape précédente à une homogénéisation sous une pression d'environ 50 à environ 500 bar pour obtenir une dispersion homogénéisée stable dans laquelle les particules constituant la substance hydrophobe et/ou dont le point de fusion est supérieur à environ 130°C, sont broyées à une taille d'environ 50  $\mu$  à environ 100  $\mu$ .

La suspension est mélangée à une composition fluide (mix) pendant l'étape de traitement thermique, juste avant l'étape d'homogénéisation. En effet, cette étape entraîne une réduction suffisante des particules (70  $\mu$ m en moyenne) pour surmonter les problèmes organoleptiques rencontrés jusqu'alors avec ce type de composés. En outre, leur plus faible granulométrie leur permet de se maintenir après traitement

thermique en suspension dans le mix constituée par exemple d'un lait légèrement-épaissi. Selon un mode de réalisation avantageux, la composition fluide (mix) consiste en du lait écrémé 95%, de la poudre de lait écrémé 3%, de l'amidon modifié 2%.

5 La suspension est pompée *via* une pompe positive (type PCM), ou *via* une pompe haute pression, puis injectée en ligne avant l'étape d'homogénéisation. Deux circuits se rejoignant ainsi avant l'étape d'homogénéisation, le circuit contenant la suspension et le circuit contenant la composition fluide. On prend soin que la pompe amenant la suspension puisse générer suffisamment de pression pour permettre d'injecter la totalité de la suspension dans la composition fluide.

10 Après l'étape d'homogénéisation, le produit résultant de ce mélange est pasteurisé selon un couple temps/température qui permet, d'une part, de réduire la charge microbienne initiale et, d'autre part, de développer le potentiel texturant des épaississants (cas de l'amidon), pour maintenir en suspension les fines particules de phytostérol.

15 On peut ajuster les deux débits, en fonction de la quantité de suspension à introduire. Par exemple, si on veut introduire 2% de poudre biologiquement active dans le produit fini et ce, par l'intermédiaire d'une suspension contenant 25% de cette poudre, il faudra que le débit de la suspension soit de 8% celui de la composition fluide.

20 La pression d'homogénéisation peut varier entre 50 et 500 bars. En dessous de cette valeur, l'effet cisailant n'est pas suffisant pour bien réduire la taille des particules de phytosterol (ou de substances) et assurer un bon mélange avec la composition fluide. Au-dessus de cette valeur, on endommage l'appareil. L'intensité du traitement thermique appliqué est généralement comprise entre 85°C et 130°C pendant 30 secondes à 8 minutes.

25 Selon l'un des modes de réalisation du procédé de l'invention, à l'issue de l'étape d'homogénéisation, on pasteurise la dispersion homogénéisée stable à une température allant d'environ 85°C à environ 130°C, puis on refroidit à une température d'environ 4°C à environ 45°C.

30 Dans le procédé de l'invention, à l'issue de l'étape de pasteurisation, on ensemente la dispersion homogénéisée stable pasteurisée à la température d'environ

35°C à environ 45°C, ce qui permet le développement optimal des bactéries lactiques, puis on fermente.

L'ensemencement avec des bactéries lactiques permet de fabriquer des yoghourts et des laits fermentés et procéder à une fermentation lactique selon les méthodes connues de l'homme du métier.

Selon un autre mode de réalisation de l'invention, à l'issue de l'étape d'homogénéisation, on stérilise la dispersion homogénéisée stable à une température d'environ 90°C à environ 130°C, puis on refroidit à une température d'environ 70°C à environ 4°C.

Ce procédé permet d'obtenir des compositions alimentaires sucrées.

Il est en effet possible d'ajouter à la dispersion homogénéisée mentionnée ci-dessus des excipients connus de l'homme de métier, tels que ceux choisis parmi des aromatisants, des édulcorants ou des colorants.

L'invention concerne également une composition alimentaire dépourvue d'émulsifiant, susceptible d'être obtenue par le procédé décrit ci-dessus.

#### **FIGURE :**

- La Figure 1 représente un procédé schématique de l'invention.

Le bac contenant la suspension de phytostérol est représenté par (1).

La pompe d'envoi de la suspension du phytostérol est symbolisée par P2 et représentée par (2) ; elle permet de régler le débit de la suspension de phytostérol.

On a représenté par (3) le bac contenant la composition fluide (mix) et par (4) la pompe d'envoi de la composition fluide (symbolisée par P1), qui permet de régler le débit.

En (5) on a représenté le préchauffeur de la composition fluide (traitement thermique à une température de 60 à 80°C pour permettre une bonne homogénéisation).

La suspension de phytostérol et la composition fluide sont mélangées juste après le préchauffage de la composition fluide et juste avant l'étape d'homogénéisation du mélange, à l'aide d'un homogénéisateur qui permet de réduire la taille des particules de phytostérol à une valeur d'environ 50  $\mu$  à environ 100  $\mu$ .

Après l'étape d'homogénéisation, le produit résultant du mélange

- soit est pasteurisé selon un couple temps/température qui permet, d'une part, de supprimer la charge microbienne et, d'autre part, de développer le potentiel texturant des épaississants,

- soit est stérilisé à une température d'environ 90°C à environ 130°C, pendant environ 1 min, puis refroidi à une température d'environ 50°C à environ 4°C.

### EXEMPLES

#### Exemple 1 : Préparation de yoghourt écrémé avec 0,5% de $\beta$ -sitostérol

Dix pour cent de  $\beta$ -sitostérol sont mis en suspension dans l'eau additionnée de xanthane à 0,3%. L'homogénéisation manuelle à l'aide d'un fouet permet d'obtenir une pâte pompable. La pâte obtenue est injectée dans le circuit de la composition fluide (mix) préparée selon la formule suivante :

- |                               |     |
|-------------------------------|-----|
| - lait à 0% de matière grasse | 95% |
| - poudre de lait écrémé       | 3%  |
| - amidon modifié              | 2%. |

Le débit de la pompe d'injection, P2 de la pâte est calé à 5% du débit de la pompe, P1 convoyant la composition fluide (mix). Les deux circuits se regroupent pour être homogénéisés dans H1 à une température de 75°C et à une pression de 200 bars (homogénéisateur Rannie). Le mélange obtenu est pasteurisé pendant 10 minutes à 95°C, puis refroidi à 45°C sur l'échangeur E1. Le tout est récupéré en container stérile. Onensemence avec une culture de ferments lactiques, et on conduit la fermentation jusqu'à l'obtention d'un pH de 4.5. Le produit est alors brassé, puis refroidi dans un échangeur à plaques, puis conditionné en pots individuels. Le produit ainsi obtenu peut aussi être mélangé avec une préparation de fruits avant d'être conditionné ou dosé par dessus une préparation de fruits au moment du conditionnement.

**Exemple 2 : Préparation d'une crème dessert contenant 0,5%  $\beta$ -sitostérol**

La suspension aqueuse de  $\beta$ -sitostérol est préparée selon le mode décrit dans l'exemple 1. On injecte la pâte ainsi obtenue comme décrit dans l'exemple 1. Cependant, la pression d'homogénéisation est ici réduite à 50 bars, et la composition de la composition fluide (mix) est la suivante :

- lait à 0% de matière grasse 67,92%
- crème à 40% de matière grasse 12%
- carraghénanes 0,05%
- amidon modifié 4,0%
- poudre de lait écrémé 4%
- sucre 12%
- arôme vanille 0,01%
- colorant 0,01%

On applique ensuite un traitement thermique à 130°C pendant 1 minute sur E1, puis on refroidit à 10°C avant de conditionner en pots individuels.

On peut également ajouter du cacao dans la composition fluide (mix) pour obtenir une crème au chocolat.

**Exemple 3 : Préparation d'un yoghourt entier (3,7% de matière grasse) 0,8% de  $\beta$ -sitostanol**

Quinze pour cent de  $\beta$ -sitostanol sont mis en suspension dans de l'eau additionnée de xanthane à 0,3% et d'huile (5%), puis on homogénéise manuellement à l'aide d'un fouet. Il en résulte une pâte pompable.

La pâte est injectée dans le circuit de la composition fluide (mix) préparée selon la formule suivante :

- lait entier 95%
- poudre de lait écrémé 3%
- amidon modifié 2%

Le débit de la pompe d'injection, P2 de la pâte est calé à 5.33% du débit de la pompe P1 convoyant la composition fluide. Les deux circuits se regroupent pour être homogénéisés à une température de 75°C et à une pression de 200 bars

(homogénéisateur Rannie). Le mélange obtenu est pasteurisé pendant 10 minutes à 95°C, puis refroidi à 45°C sur E1.

Le tout est récupéré en container stérile. On ensemence avec une culture de ferments lactiques, et on conduit la fermentation jusqu'à l'obtention d'un pH de 4.5.  
5 Le produit est alors brassé, puis refroidi dans un échangeur à plaques, puis conditionné en pots individuels.

Le produit ainsi obtenu peut aussi être mélangé avec une préparation de fruits avant d'être conditionné ou dosé par dessus une préparation de fruits au moment du conditionnement.

10

#### **Exemple 4 : Préparation de produit végétal enrichi en $\beta$ -sitostérol**

La suspension aqueuse de  $\beta$ -sitostérol est préparée selon le mode décrit dans l'exemple 1. On injecte la pâte ainsi obtenue comme décrit dans l'exemple 1, dans la composition fluide ; mais, le lait est substitué par une préparation liquide végétale à  
15 base de céréales comme l'avoine, l'orge, le riz ou le blé ou par du lait de soja, ou par le mélange des deux. On peut aussi remplacer la poudre de lait écrémé par une poudre de protéine de soja ou une poudre d'avoine.

On obtient ainsi soit des produits fermentés 100% végétaux, soit des crèmes desserts 100% végétaux.

20

#### **Exemple 5 : Conservation du $\beta$ -sitostérol dans les produits**

Yoghourt, cible = 0,45% de  $\beta$ -sitostérol, dosage dans les pots :

- T+0 jour : 0,42%, 0,41%
- T+15 jours : 0,42%, 0,42%
- 25 - T+30 jours : 0,42%, 0,41%

Crème dessert cible = 0,50% de  $\beta$ -sitostérol, dosage dans les pots :

- T+0 jour : 0,47%, 0,47%
- T+15 jours : 0,49%, 0,49%
- 30 - T+30 jours : 0,51%, 0,52%

Yoghourt, cible = 0,4% de  $\beta$ -sitostanol, dosage des pots :

Début production : 0,31%

Fin production : 0,38%.

5 Les valeurs attendues sont proches des valeurs théoriques. De plus, le produit reste stable durant le processus, ainsi que durant la conservation produit.

Ces produits ont été faits par rapport à un produit témoin ne contenant pas de phytositostérol. La dégustation de ces produits fait ressortir une impression légèrement poudreuse, mais tout à fait acceptable due au phytositostérol. L'intensité  
10 aromatique n'est pas affectée.



## REVENDICATIONS

1. Suspension homogène stable dépourvue d'émulsifiant, d'au moins une  
5 substance hydrophobe et/ou dont le point de fusion est supérieur à environ 130°C, et  
d'un épaississant, dans un milieu aqueux.

2. Suspension aqueuse selon la revendication 1, dans laquelle la substance  
hydrophobe et/ou dont le point de fusion est supérieur à environ 130°C, est choisie  
10 parmi les phytostérols, les phytostanols et leurs dérivés estérifiés respectifs, et  
notamment les composés choisis parmi : 5,7,22-cholestatrienol,  
7-de-hydrocholesterol, 22-dehydrocholesterol, 24-dehydrocholesterol, zymosterol,  
cholesterol,  $\Delta^7$ -cholesterol, 7-coprostenol, cholestanol, coprostanol, epicoprostanol,  
cerebrosterol, 22- $\alpha$ -oxycholesterol, 22-dihydroergosterol,  
15 7,24(28)-ergostadienol, campesterol, neospongosterol, 7-ergosterol, cerebisterol,  
corbisterol, stigmasterol, flocosterol,  $\alpha$ -spinasterol, sargasterol,  
7-dehydrocryonasterol, poriferasterol, chondrillasterol,  $\beta$ -sitosterol, cryonasterol ( $\gamma$ -  
sitosterol), 7-stigmasternol, 22-stigmasternol, dihydro- $\gamma$ -sitosterol,  $\beta$ -sitostanol,  
14-dehydroergosterol, 24(28)-dehydroergosterol, ergosterol, brassicasterol,  
20 24-methylenecholesterol, ascosterol, episterol, fecosterol et 5-dihydroergosterol, et  
leurs mélanges et est avantageusement le  $\beta$ -sitostérol, le  $\beta$ -sitostanol, le  
 $\beta$ -sitostanol ester, le campesterol ou le brassicasterol.

3. Suspension aqueuse selon la revendication 1 ou 2, dans laquelle l'agent  
25 épaississant est à une concentration telle que la viscosité de la suspension est  
d'environ 0,05 Pas à environ 0,15 Pas, notamment d'environ 0,05 Pas à environ  
0,1 Pas.

4. Suspension aqueuse dans laquelle l'agent épaississant est choisi parmi : la  
30 gomme xanthane, les carraghénanes, les pectines, l'amidon, notamment gélatinisé, la  
gomme gélane, ou la cellulose et ses dérivés.

5. Suspension aqueuse selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, -  
contenant d'environ 0,01% (p/v) à environ 10% (p/v) d'épaississant et d'environ  
0,1% (p/v) à environ 30% (p/v) de substance hydrophobe et/ou dont le point de  
fusion est supérieur à environ 130°C.

5

6. Suspension aqueuse selon l'une des revendications 1 à 5, contenant  
d'environ 0,5 à environ 20 % (p/v) de substance hydrophobe et/ou dont le point de  
fusion est supérieur à environ 130°C.

10

7. Suspension aqueuse selon l'une quelconque des revendications 1 à 6,  
contenant des lipides en quantité inférieure à environ 5%.

8. Procédé de préparation d'une suspension homogène stable selon l'une  
quelconque des revendications 1 à 7, dans lequel :

15

- on prépare une solution présentant une viscosité d'environ 0,05 Pas à environ  
0,15 Pas, en mélangeant une solution aqueuse avec un épaississant,
- on additionne à la solution visqueuse obtenue à l'étape précédente une  
substance hydrophobe et/ou dont le point de fusion est supérieur à environ 130°C, à  
une concentration telle que la concentration dans la solution visqueuse soit d'environ  
0,1% à environ 30% p/v

20

pour obtenir une suspension homogène stable dépourvue d'émulsifiant.

9. Composition alimentaire dans laquelle la teneur en eau est d'au moins  
environ 60%, caractérisée en ce qu'elle comprend une suspension homogène stable,  
selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, à raison d'environ 0,5% à environ  
30% notamment à raison d'environ 1% à environ 25%, et une composition fluide  
contenant au moins 60% d'eau et ne contenant pas plus d'environ 18% de matières  
grasses, à raison d'environ 75% à environ 99,5 %.

25

30

10. Composition alimentaire selon la revendication 9, dans laquelle la  
suspension homogène stable selon l'une des revendications 1 à 7 est présente à raison  
d'environ 0,5 à environ 20 %..

11. Composition alimentaire selon l'une des revendications 9 ou 10, dans laquelle la teneur en substance hydrophobe et/ou dont le point de fusion est supérieur à environ 130°C est d'environ 0,001 à environ 7,5%, notamment d'environ 0,4% à environ 2%.

5

12. Composition alimentaire selon l'une des revendications 9 à 11, contenant des protéines en quantité inférieure à environ 10%, notamment à environ 4%.

10

13. Composition alimentaire selon l'une des revendications 9 à 12, contenant des hydrates de carbone à raison d'environ 4 à environ 20%.

14. Composition alimentaire selon l'une des revendications 9 à 13, dépourvue des éléments suivants : agents chélatants, agents susceptibles d'inhiber la fermentation, et agents conservateurs.

15

15. Composition alimentaire selon l'une des revendications 9 à 14, dans laquelle la composition fluide est constituée essentiellement de lait ou ses dérivés tels que le lactosérum, d'origine animale ou végétale.

20

16. Composition alimentaire selon l'une des revendications 9 à 15, contenant des bactéries lactiques.

17. Procédé de préparation d'une composition alimentaire selon l'une des revendications 9 à 16, comprenant les étapes suivantes :

25

- on prépare une suspension homogène stable par mélange d'une solution aqueuse, d'une substance hydrophobe et/ou présentant un point de fusion supérieur à environ 130°C, et d'un épaississant,

30

- on mélange la suspension homogène stable avec une composition fluide dont la teneur en eau est d'au moins 60% et ne contenant pas plus d'environ 18% de matières grasses, à une température d'environ 60°C à environ 80°C,

- on soumet le mélange obtenu à l'étape précédente à une homogénéisation sous une pression d'environ 50 à environ 500 bar pour obtenir une dispersion homogénéisée stable dans laquelle les particules constituant la substance, hydrophobe et/ou dont le point de fusion est supérieur à environ 130°C, sont broyées à une taille d'environ 50  $\mu$  à environ 100  $\mu$ .

18. Procédé selon la revendication 17, dans lequel, à l'issue de l'étape d'homogénéisation, on pasteurise la dispersion homogénéisée stable à une température allant d'environ 85°C à environ 130°C, puis on refroidit à une température d'environ 4°C à environ 45°C.

19. Procédé selon la revendication 18, dans lequel à l'issue de l'étape de pasteurisation, on ensemence la dispersion homogénéisée stable pasteurisée à la température d'environ 35°C à environ 45°C, ce qui permet le développement optimal des bactéries lactiques, puis on fermente.

20. Procédé selon la revendication 17, dans lequel à l'issue de l'étape d'homogénéisation on stérilise la dispersion homogénéisée stable à une température d'environ 90°C à environ 130°C puis on refroidit à une température d'environ 70°C à environ 4°C.

21. Composition alimentaire susceptible d'être obtenue par le procédé selon l'une des revendications 17 à 20.

22. Composition alimentaire dépourvue d'émulsifiant, contenant moins d'environ 20 %, et de préférence moins d'environ 18 % de matière grasse, et d'environ 0,001 à environ 7,5 %, de préférence d'environ 0,05 à environ 4 %, et plus particulièrement d'environ 0,005 à environ 2,5 % de substance dont le point de fusion est supérieur à environ 130°C et/ou hydrophobe, notamment choisi parmi les phytostérols, les phytostanols et leurs dérivés estérifiés respectifs.

1/1

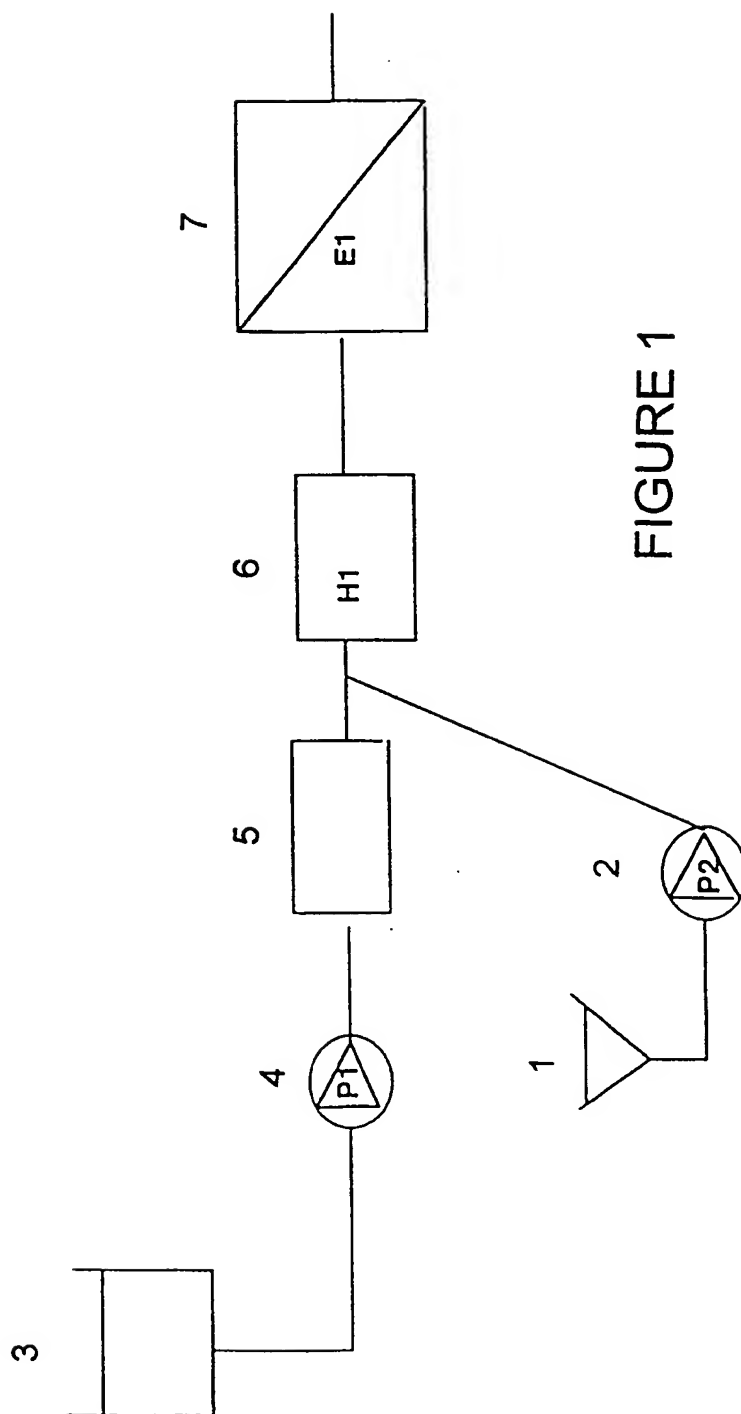


FIGURE 1

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/FR 99/00496

<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> IPC 6    A23L1/48    A23L1/03    A23C9/13    A23C11/10    A23C13/14		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b> Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 6    A23L    A23C		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	DATABASE WPI Section Ch, Week 8140 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A88, AN 81-73090D XP002088720 & SU 794 018 B (LENINGRAD FORESTRY ACAD) , 7 January 1981 see abstract	1,2
X	WO 92 19640 A (RAISION MARGARIINI) 12 November 1992 cited in the application see page 7, line 5-17 see page 9, line 21-30 see claims 1-7; examples 2.5 --- -/--	1-5
<div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <span><input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C.</span> <span><input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.</span> </div>		
* Special categories of cited documents :		
<div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 45%;"> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> </div> <div style="width: 45%;"> <p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.</p> <p>"&amp;" document member of the same patent family</p> </div> </div>		
Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report	
9 June 1999	29/06/1999	
Name and mailing address of the ISA	Authorized officer	
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Van Moer, A	

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 99/00496

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 8123 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class D13, AN 81-41212D XP002088721 -& JP 56 042546 A (NISSHIN OIL MILLS LTD) , 20 April 1981	1,2
A	see abstract	9,15,16
A	FR 2 240 717 A (ELI LILLY) 14 March 1975 see claims	1-22
A	US 5 244 887 A (C.D.STRAUB) 14 September 1993 see claims	1,2
A	EP 0 092 076 A (NESTLE) 26 October 1983 see page 3, line 24-28; claims	1,2,9
A	US 4 195 084 A (J.T.H.ONG) 25 March 1980	1-9
A	WO 96 38047 A (UNILEVER) 5 December 1996 see claims; examples	1-22

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 99/00496

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 9219640 A	12-11-1992	CA 2102112 A	04-11-1992
		AU 664827 B	07-12-1992
		DE 69127207 D	11-09-1997
		DE 69127207 T	22-01-1998
		DK 594612 T	01-09-1997
		EP 0594612 A	04-05-1994
		FI 934869 A,B,	03-11-1993
		FI 964951 A	11-12-1996
		HK 1001951 A	24-07-1998
		JP 6506909 T	04-08-1994
		NO 933966 A	02-11-1993
		PL 166991 B	31-07-1995
		RU 2095367 C	10-11-1997
		US 5502045 A	26-03-1996
FR 2240717 A	14-03-1975	US 3881005 A	29-04-1975
		AR 202034 A	09-05-1975
		AT 655474 A	15-02-1977
		AU 7155674 A	29-01-1976
		BE 818729 A	12-02-1975
		DD 112899 A	12-05-1975
		DE 2437845 A	27-02-1975
		DK 427674 A	21-04-1975
		JP 50048115 A	30-04-1975
		NL 7410862 A	17-02-1975
		SE 7410331 A	14-02-1975
		ZA 7404587 A	25-02-1976
US 5244887 A	14-09-1993	NONE	
EP 92076 A	26-10-1983	AT 24266 T	15-01-1987
		AT 18572 T	15-03-1986
		AU 567091 B	12-11-1987
		AU 1308483 A	20-10-1983
		AU 1316983 A	20-10-1983
		CA 1195172 A	15-10-1985
		CA 1216592 A	13-01-1987
		CS 8302723 A	15-04-1992
		DK 165483 A	17-10-1983
		EP 0092085 A	26-10-1983
		FI 831172 A,B,	17-10-1983
		FI 831173 A,B,	17-10-1983
		GB 2118567 A,B	02-11-1983
		GR 78210 A	26-09-1984
		GR 78211 A	26-09-1984
		HK 83286 A	14-11-1986
		JP 1723581 C	24-12-1992
		JP 4004298 B	27-01-1992
		JP 58189110 A	04-11-1983
		JP 1055680 B	27-11-1989
		JP 1569005 C	10-07-1990
		JP 58192828 A	10-11-1983
		US 4970235 A	13-11-1990
		US 5011855 A	30-04-1991
		US 4938984 A	03-07-1990
		US 4526793 A	02-07-1985
		US 4703060 A	27-10-1987
		ZA 8302367 A	28-12-1983



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Inte. .onal Application No

PCT/FR 99/00496

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 92076 A		ZA 8302492 A	28-12-1983
US 4195084 A	25-03-1980	NONE	
WO 9638047 A	05-12-1996	AU 6003796 A	18-12-1996
		CA 2222771 A	05-12-1996
		EP 0828434 A	18-03-1998

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Dep. e Internationale No

PCT/FR 99/00496

## A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE

CIB 6 A23L1/48 A23L1/03 A23C9/13 A23C11/10 A23C13/14

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

## B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 6 A23L A23C

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

## C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	DATABASE WPI Section Ch, Week 8140 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A88, AN 81-730900 XP002088720 & SU 794 018 B (LENINGRAD FORESTRY ACAD) , 7 janvier 1981 voir abrégé	1,2
X	WO 92 19640 A (RAISION MARGARIINI) 12 novembre 1992 cité dans la demande voir page 7, ligne 5-17 voir page 9, ligne 21-30 voir revendications 1-7; exemples 2.5 --- -/--	1-5

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

### \* Catégories spéciales de documents cités:

- "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

9 juin 1999

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

29/06/1999

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale  
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Van Moer, A

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Don .e Internationale No

PCT/FR 99/00496

## C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 8123 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class D13, AN 81-412120 XP002088721 -& JP 56 042546 A (NISSHIN OIL MILLS LTD) , 20 avril 1981	1,2
A	voir abrégé	9,15,16
A	FR 2 240 717 A (ELI LILLY) 14 mars 1975 voir revendications	1-22
A	US 5 244 887 A (C.D.STRAUB) 14 septembre 1993 voir revendications	1,2
A	EP 0 092 076 A (NESTLE) 26 octobre 1983 voir page 3, ligne 24-28; revendications	1,2,9
A	US 4 195 084 A (J.T.H.ONG) 25 mars 1980	1-9
A	WO 96 38047 A (UNILEVER) 5 décembre 1996 voir revendications; exemples	1-22

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Denr. e Internationale No

PCT/FR 99/00496

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 9219640 A	12-11-1992	CA 2102112 A	04-11-1992
		AU 664827 B	07-12-1992
		DE 69127207 D	11-09-1997
		DE 69127207 T	22-01-1998
		DK 594612 T	01-09-1997
		EP 0594612 A	04-05-1994
		FI 934869 A,B,	03-11-1993
		FI 964951 A	11-12-1996
		HK 1001951 A	24-07-1998
		JP 6506909 T	04-08-1994
		NO 933966 A	02-11-1993
		PL 166991 B	31-07-1995
		RU 2095367 C	10-11-1997
		US 5502045 A	26-03-1996
FR 2240717 A	14-03-1975	US 3881005 A	29-04-1975
		AR 202034 A	09-05-1975
		AT 655474 A	15-02-1977
		AU 7155674 A	29-01-1976
		BE 818729 A	12-02-1975
		DD 112899 A	12-05-1975
		DE 2437845 A	27-02-1975
		DK 427674 A	21-04-1975
		JP 50048115 A	30-04-1975
		NL 7410862 A	17-02-1975
		SE 7410331 A	14-02-1975
		ZA 7404587 A	25-02-1976
US 5244887 A	14-09-1993	AUCUN	
EP 92076 A	26-10-1983	AT 24266 T	15-01-1987
		AT 18572 T	15-03-1986
		AU 567091 B	12-11-1987
		AU 1308483 A	20-10-1983
		AU 1316983 A	20-10-1983
		CA 1195172 A	15-10-1985
		CA 1216592 A	13-01-1987
		CS 8302723 A	15-04-1992
		DK 165483 A	17-10-1983
		EP 0092085 A	26-10-1983
		FI 831172 A,B,	17-10-1983
		FI 831173 A,B,	17-10-1983
		GB 2118567 A,B	02-11-1983
		GR 78210 A	26-09-1984
		GR 78211 A	26-09-1984
		HK 83286 A	14-11-1986
		JP 1723581 C	24-12-1992
		JP 4004298 B	27-01-1992
		JP 58189110 A	04-11-1983
		JP 1055680 B	27-11-1989
		JP 1569005 C	10-07-1990
		JP 58192828 A	10-11-1983
		US 4970235 A	13-11-1990
		US 5011855 A	30-04-1991
		US 4938984 A	03-07-1990
		US 4526793 A	02-07-1985
		US 4703060 A	27-10-1987
		ZA 8302367 A	28-12-1983

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Dem. : Internationale No

PCT/FR 99/00496

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 92076 A		ZA 8302492 A	28-12-1983
US 4195084 A	25-03-1980	AUCUN	
WO 9638047 A	05-12-1996	AU 6003796 A	18-12-1996
		CA 2222771 A	05-12-1996
		EP 0828434 A	18-03-1998